

Effet de l'épaisseur des plis et de la température sur la cinétique de fissuration transverse dans un composite stratifié

Effect of plies thickness and temperature on transverse cracking process in a composite laminate

Tanguy Briand¹, Christophe Bois¹, Jean-Christophe Wahl¹, Erwann Le Goff², Florian Lavelle³

1 : Ingénierie Mécanique et Conception (IMC), Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M)
15 rue Naudet, 33175 Gradignan
e-mail : tanguy.briand@u-bordeaux.fr

2 : Structure composite, ArianeGroup
Saint-Médard-en-Jalles, France

2 : Direction des Lanceurs, Centre National d'Études Spatiales (CNES)
Paris, France

Résumé

Le développement de réservoirs cryogéniques en composite est un des principaux axes de recherche de l'industrie spatiale afin d'alléger les cout de fabrication et de lancement des lanceurs. La suppression du liner d'étanchéité implique de dimensionner la partie composite en étanchéité et en résistance. Il est alors nécessaire de caractériser la perméabilité et le comportement élasto-endommageable du matériau. Cet article présente l'impact des basses températures sur le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel et une partie de la caractérisation du processus de fissuration transverse. Le protocole expérimental est basé sur des observations sous charge de la micro structure du matériau pour des températures allant de -130°C à la température ambiante. Le matériau est un composite stratifié croisé $[0/90]_{mS}$ constitué de pli de grammage faible (75 g/m²) ou intermédiaire (150 g/m²). Les résultats expérimentaux présentés mettent en évidence l'impact de la température et de l'épaisseur des plis sur les caractéristiques mécaniques et sur l'endommagement du stratifié.

Abstract

The development of cryogenic tanks in composite material is one the principal approach of space industry to reduce the cost of manufacturing and launch of the launcher. To satisfy both the strength and permeability requirements, the design of linerless tanks requires the study of the relationship between damage and permeability. This paper present the impact of low temperature on mechanical properties of unidirectinal ply and a part of the charaterization of cracking process. We present an experimental method based on observation of the material micro-structure under tensile loading from the low to ambiente temperature. The material is a cross-ply laminate with an intermediate (150 g/m²) and weak (75 g/m²) fibre mass. The results highlight the impact of low temperature and the thickness ply on initiation and growth of transverse cracking.

Mots Clés : fissures transverse, températures cryogéniques, pli fin, microscopie

Keywords : transverse crack, cryogenical temperature, thin ply, microscopy

1. Introduction

Les réservoirs cryogéniques permettent le stockage d'ergols liquide pour l'approvisionnement des moteurs tels que l'hydrogène liquide (20K) ou le méthane liquide (110K). Ils représentent une grande partie du volume total d'un lanceur spatial. Aujourd'hui et pour la majorité des cas, ces réservoirs sont métalliques et leurs dimensions sont telles que le critère masse est majeur dans le cahier des charges. Une solution serait de réaliser des réservoirs composés d'un liner de faible épaisseur assurant l'étanchéité et d'une partie composite bobinée assurant la reprise des efforts de pressurisation. Cette solution est déjà employée pour des réservoirs de faibles dimensions tels que les sphères de pressurisation d'hélium liquide (4K). La limite de savoir-faire en termes de fabrication sur les métalliques et les faibles pressions des réservoirs d'approvisionnement amènent à dimensionner des liners épais proche de l'épaisseur d'un réservoir métallique. De fait, le challenge de l'industrie spatiale est de réaliser des réservoirs cryogéniques en composite sans liner, où la partie composite assure la tenue et l'étanchéité. Le type de fluide cryogénique stocké couplé aux efforts de pressurisation induisent un chargement thermomécanique important au matériau. Ces travaux s'intéressent à caractériser l'impact de ce type de chargement sur les matériaux composites. Sous sollicitation thermique et mécanique, même faible vis à vis de la résistance à rupture, nous pouvons observer l'apparition et le développement de mécanismes d'endommagement [1]. Au cours du chargement, ces mécanismes d'endommagement, se traduisant principalement par la fissuration matricielle et du microdélaminage en pointe de fissures, coalescent et créent alors un réseau de fissures (Fig. 1). Une fois que le réseau de fissures relie l'intérieur et l'extérieur du réservoir, il devient un point de fuite et la perméabilité du réservoir diminue rapidement [2, 3]. De nombreux paramètres géométriques régissent la création et le développement de la fissuration matricielle tel que l'orientation, le nombre et l'épaisseur des plis [4, 5]. La diminution de l'épaisseur des plis permet de repousser le seuil de fissuration. La technologie des plis fins est donc une piste de recherche intéressante pour repousser l'apparition des premiers points de fuite.

La stratégie globale de ces travaux de recherche vise donc à caractériser la relation entre endommagement et perméabilité des composites stratifiés sur la plage de température de l'application afin de construire et valider un modèle mésoscopique de prédiction du taux de fuite en fonction du chargement appliqué [6, 3]. Cette stratégie s'appuie sur des essais expérimentaux (observations par microscopie et tomographie sous charge) et numériques permettant de caractériser le réseau de fissures se développant au sein du stratifié pour construire et enrichir le meso-modèle. La validation du modèle repose principalement sur des mesures du taux de fuite sur éprouvettes tubulaires mises sous pression [7]. Cet article présente une partie de la caractérisation expérimentale nécessaire à la construction du meso-modèle. Une première section présente l'influence des basses températures sur le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel. La seconde partie introduit le protocole expérimental basé sur des observations microscopiques sous charges de la température ambiante à -130°C . Enfin, les résultats obtenus seront présentés pour plusieurs épaisseurs de pli.

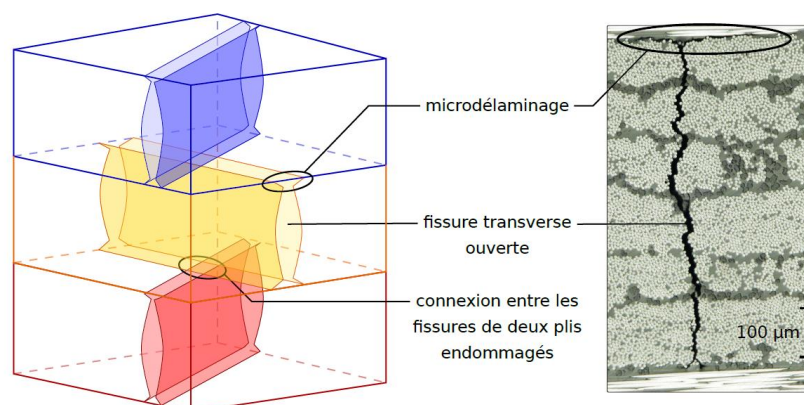


Fig. 1. Réseau de fissures dans trois plis endommagés pouvant constituer un chemin de fuite, schéma et micrographie

2. Présentation des essais expérimentaux

Le matériau étudié est un composite stratifié à fibre longue de carbone et matrice époxy. Les éprouvettes de dimensions $230 \times 25 \text{ mm}^2$ (longueur x largeur) sont équipées de talons de 40mm. Ces dernières sont issues de plaques de $300 \times 300 \text{ mm}^2$ fabriquées par placement de fibres automatisé (AFP pour Automated Fibre Placement). Les essais sont réalisés à trois températures (20°C , -80°C et -130°C) dans une enceinte thermique (Fig. 2). Cette dernière est pilotée via des thermocouples type T placés sur la zone utile de l'éprouvette (150mm). La sollicitation mécanique est assurée par une machine de traction de capacité 100kN. Le chargement est piloté en déformation via une jauge collée dans le sens longitudinal des plis à 0° par rapport à la direction de sollicitation.

Pour les essais de caractérisation du comportement mécanique d'un pli UD, nous étudions les stratifications de grammage de 150 g/m^2 suivantes :

- $[0]_8$ pour le module de rigidité longitudinal
- $[90]_8$ pour le module transverse
- $[\pm 45]_{2S}$ pour le module de cisaillement

Les éprouvettes de caractérisation sont sollicitées de manière monotone dans le sens longitudinal jusqu'à rupture.

Les essais de caractérisation de la fissuration transverse sont réalisés sur deux stratifications croisées, la première de grammage intermédiaire (150 g/m^2) $[0/90/0/90_2]_S$ (10 plis) et la seconde $[0/90/0/90/0/90/0_{0.5}]_S$ (13 plis) réalisée en grammage fin (75 g/m^2). La tranche des échantillons est préalablement polie pour permettre les observations microscopiques. L'éprouvette est stabilisée à la température souhaitée puis chargée mécaniquement à une déformation ϵ_{max} permettant l'initiation ou la propagation de l'endommagement. La déformation est alors réduite puis maintenue à 80% de la charge maximale afin de limiter les effets liés aux phénomènes visqueux pendant l'observation et éviter que l'endommagement n'évolue au cours de l'observation. L'éprouvette est ensuite stabilisée à 20°C pour faciliter l'inspection microscopique de la face polie. L'inspection consiste à quantifier le nombre de fissures transverses et leur position sur une longueur d'observation de 80mm ce qui permet d'évaluer les effets statistiques liés aux variabilités matériaux. Une fois les mesures réalisées, la température est de nouveau abaissée puis l'éprouvette est chargée à une déformation supérieure à celle du palier précédent. L'opération est itérée pour un nombre de paliers suffisants, ce qui nous permet de tracer l'évolution du taux de fissures transverses réduit (Eq. 1) en fonction de la déformation longitudinale du stratifié.

$$\bar{\rho} = \frac{N_f^{90^\circ}}{L_{obs}} \cdot h^{90^\circ} \quad (\text{Eq. 1})$$

Avec $\bar{\rho}$ le taux de fissuration réduit (adimensionné) [-], $N_f^{90^\circ}$ le nombre de fissures dans le pli à 90° considéré [-], L_{obs} la longueur d'observation [mm] et h^{90° l'épaisseur du pli à 90° considéré [mm].

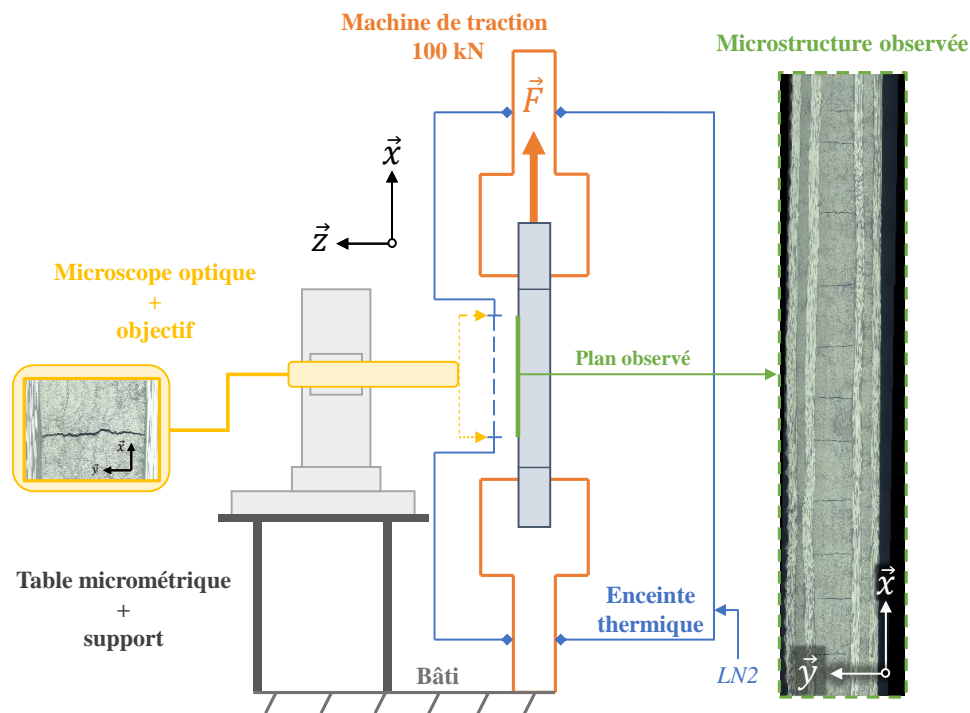


Fig. 2. Illustration du montage expérimental de microscopie sous chargement thermique et mécanique

3. Comportement mécanique d'un pli unidirectionnel

Le tableau 1 récapitule les essais de caractérisation du comportement mécanique du pli unidirectionnel. Entre 20°C et -130°C, on observe un accroissement du module de rigidité sens fibre de l'ordre de 9% et également de la limite à rupture d'environ 10%. De manière plus significative, nous pouvons noter l'augmentation du module de rigidité transverse de l'ordre de 20% à -80°C et de 35% à -130°C. En revanche, la contrainte à rupture ne varie pas lorsque la température diminue ce qui induit une diminution importante de la déformation à rupture. Enfin, le comportement en cisaillement est fortement impacté par la diminution de la température. En effet, le module de cisaillement, G_{lt} , évolue de près de 60% entre la température ambiante et -130°C. Globalement, les caractéristiques mécaniques du pli augmentent et tendent à rigidifier le matériau. Cette rigidification est notamment due au changement de comportement de la matrice qui se fragilise [9].

Tab. 1. Récapitulatif des essais de caractérisation du pli unidirectionnel

Température	20°C	-80°C	-130°C
E_l (GPa)	169.5 \pm 3.5	185.5 \pm 0.5	186.5 \pm 0.5
σ_l^R (MPa)	2232.5 \pm 32.5	2509.5 \pm 88.5	2460.5 \pm 72.5
E_t (GPa)	7.3	8.8	9.8
σ_t^R (MPa)	52 \pm 1	52 \pm 0.5	47 \pm 1
G_{lt} (GPa)	4.182 \pm 45	5.953	6.773
τ_{lt}^R (MPa)	> 75	106	117

4. Caractérisation de la fissuration transverse d'un pli unidirectionnel

4.1. Effet de l'épaisseur du pli

La figure 3 illustre l'influence de l'épaisseur du pli sur la cinétique de fissuration transverse en fonction de la déformation mécanique longitudinale appliquée aux stratifiés. Pour les trois stratifiés, on observe une première phase d'initiation au cours de laquelle la fissuration augmente lentement. Ce démarrage lent est vraisemblablement dû à la présence de défauts (porosités, microfissures, amas de résine, etc.) qui pilotent l'apparition des premières fissures. Une longueur d'observation suffisante est donc nécessaire pour capter ces effets de variabilités. Lorsque le chargement augmente, la distribution des fissures transverses devient plus homogène et l'évolution du taux de fissuration augmente plus rapidement et de manière quasi-linéaire. On peut distinguer une troisième phase sur la courbe du pli quadruple d'épaisseur $573 \mu\text{m}$ du stratifié $[0/90/0/90_2]_s$. Cette dernière phase correspond à la saturation de l'endommagement qui intervient lorsque le pli à 90° considéré est suffisamment déchargé. Nous pouvons également observer que le seuil d'endommagement augmente lorsque l'épaisseur de la couche diminue. Cela est cohérent avec le fait que l'initiation de la fissuration d'un pli épais est pilotée par un critère en contrainte alors que la fissuration des plis fins et intermédiaires est pilotée par un critère énergétique [8]. Globalement, l'épaisseur du pli impacte donc le seuil d'apparition des fissures transverses et le taux de fissuration au cours du chargement et avant rupture. Le fait de repousser le seuil de fissuration est un critère très intéressant pour les problématiques de perméabilité.

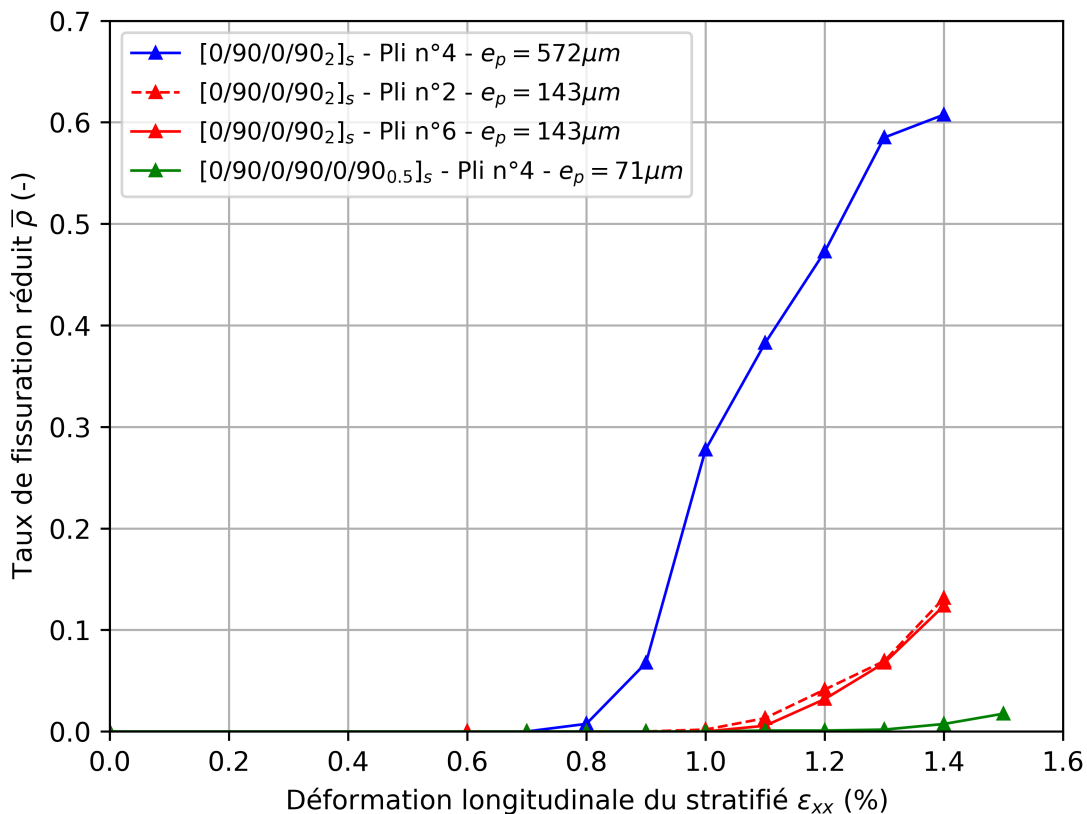


Fig. 3. Influence de l'épaisseur du pli sur le taux de fissuration réduit sur deux stratifiés

4.2. Effet de la température

La figure 4 illustre l'influence de la température sur la cinétique de fissuration transverse en fonction de la déformation mécanique longitudinale appliquée aux stratifiés. Les plis sont issus des stratifications présentées dans la section 2. L'allure des courbes à basses températures est similaire de celles à température ambiante. On observe deux phases pour chacune des courbes facilement identifiables. Une première au cours de laquelle les fissures transverses apparaissent lentement et une seconde où l'endommagement progresse plus rapidement et avec une distribution plus homogène jusqu'à rupture de l'éprouvette. La troisième phase, la saturation de l'endommagement, est difficile à capter. Pour les plis épais, dont la fissuration transverse est pilotée par un critère en contrainte, la diminution de la température semble avancer le seuil d'initiation de l'endommagement. Pour les plis fins et d'épaisseur intermédiaire, le seuil d'initiation de l'endommagement ne semble pas ou peu impacté par la diminution de la température. En revanche, le taux de fissures transverses augmente plus rapidement à -80°C et -130°C pour les deux phases d'endommagement et pour toutes les épaisseurs de pli. La cinétique de fissuration est donc plus rapide à basse température. Le taux de fissures relevé avant rupture de l'éprouvette est plus important lorsque la température diminue. Ces observations peuvent s'expliquer par le fait que la résine se rigidifie à basses températures (section 3), elle devient plus fragile et son énergie de rupture diminue [9, 10]. Aussi, pour les plis d'épaisseur intermédiaire, nous avons noté une déformation à rupture du stratifié plus faible lorsque la température diminue. Cela peut provenir d'un endommagement des plis à 0° à cause de l'effet Poisson et des dilatations thermiques. De ce fait, nous pouvons observer que la diminution de la température tend à réduire l'écart entre le seuil de fissuration et la rupture du stratifié.

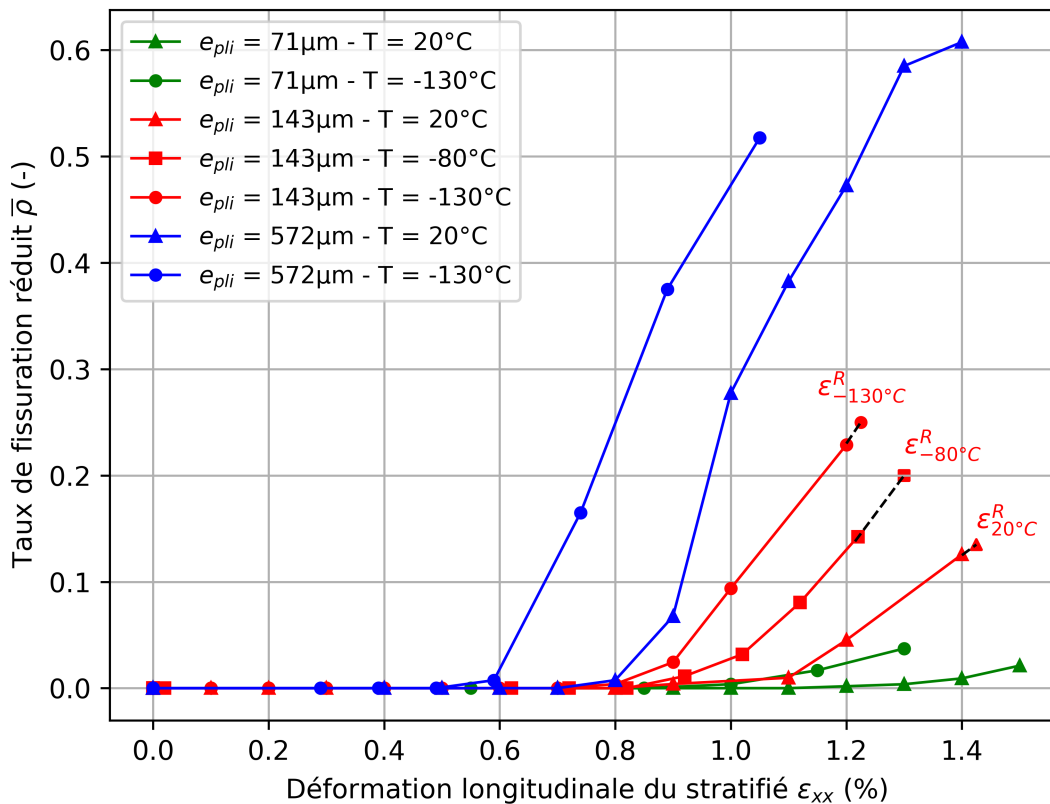


Fig. 4. Influence de la température sur le taux de fissuration réduit sur le pli simple d'épaisseur $143\mu\text{m}$ d'un stratifié $[0/90/0/90_2]_s$

5. Conclusion

Cet article présente une méthode expérimentale permettant de caractériser le comportement élasto-endommageable d'un composite stratifié de la température ambiante à -130°C . Le comportement linéaire d'un pli unidirectionnel est étudié avec des stratifications classiques de grammage $150\text{g}/\text{m}^2$, $[0^{\circ}]_8$, $[90^{\circ}]_8$ et $[\pm 45^{\circ}]_{2S}$. La diminution de la température tend à rigidifier le matériau avec une augmentation notable des caractéristiques mécaniques et notamment les modules de rigidité transverse et en cisaillement. Cela est cohérent avec les résultats de la littérature qui relatent une rigidification de la matrice à basses températures. La caractérisation de l'endommagement du matériau est réalisée sur deux éprouvettes de stratifications croisées présentant des grammages différents. Nous pouvons ainsi illustrer l'effet de l'épaisseur du pli sur la fissuration transverse. Les observations ont montré que les plis fins permettaient de repousser le seuil de fissuration et le taux de fissures transverses au cours du chargement et avant rupture. L'effet de la température est également abordé avec des essais expérimentaux menés à basse température. Nous avons observé que la diminution de la température avance le seuil de fissuration des plis épais mais influence peu celui des plis fins et d'épaisseur intermédiaire. Cependant, les basses températures engendrent une cinétique d'endommagement plus rapide avec des taux de fissures transverses plus importants. La réduction de l'épaisseur des plis couplée à une diminution de la température permet donc de réduire significativement l'écart entre le début de la fissuration et la limite à rupture du matériau. Cette observation est intéressante d'un point de vue dimensionnement de réservoir cryogénique sans liner devant respecter à la fois un critère en résistance et en perméabilité.

Remerciements

Les auteurs remercient le CNES et ArianeGroup pour leur soutien.

Références

- [1] V. T. Bechel, J. D. Camping, R. Y. Kim « Cryogenic/elevated temperature cycling induced leakage paths in PMCs », *Composites Part B : Engineering* Vol. 36 n° 2, pp. 171–182, 2005, ISSN 1359-8368.
- [2] E. H. Stokes « Hydrogen Permeability of a Polymer Based Composite Tank Material Under Tetra-Axial Strain », 2003.
- [3] T. Yokozeki, T. Aoki, T. Ishikawa « Experimental cryogenic gas leakage through damaged composite laminates for propellant tank application », *Journal of Spacecraft and Rockets* Vol. 42 n° 2, pp. 363–366, 2005.
- [4] H. Kumazawa, T. Aoki, I. Susuki « Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates », *Composites Science and Technology* Vol. 66 n° 13, pp. 2107–2115, 2006, ISSN 0266-3538.
- [5] R. Kim, S. Sihm, S. Donaldson « Effect of ply thickness on the damage development in composite laminates », vol. 51, 2006.
- [6] C. Bois, J.-C. Malenfant, J.-C. Wahl, M. Danis « A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite », *Composites Science and Technology* Vol. 97, pp. 81–89, 2014, ISSN 0266-3538.
- [7] H. Laeuffer, J. Arbaoui, C. Bois, F. Lavelle, N. Perry, J.-C. Wahl « A new device to measure permeability evolution under pressure loading : Application to CFRP pipes », *Measurement* Vol. 98, pp. 68–76, 2017, ISSN 0263-2241.
- [8] H. Laeuffer, J.-C. Wahl, N. Perry, C. Bois « Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés - Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner », Ph.D. thesis, Ecole des Ponts ParisTech, 2017.
- [9] R. P. Reed, M. Golda « Cryogenic properties of unidirectional composites », *Cryogenics* Vol. 34 n° 11, pp. 909–928, 1994, ISSN 0011-2275.
- [10] J. B. Schutz « Properties of composite materials for cryogenic applications », *Cryogenics* Vol. 38 n° 1, pp. 3–12, 1998, ISSN 0011-2275.